25063.1-81
25063.2-81
25063.3-81

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ ФОТОГРАФИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ СОХРАНЯЕМОСТИ ФОТОГРАФИЧЕСКОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ

ГОСТ 25063.1-81—ГОСТ 25063.3-81 (СТ СЭВ 1756—79)

Издание официальное

Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

П. П. Ларионов, М. А. Калугина

ВНЕСЕНЫ Министерством химической промышленности

Зам. министра З. Н. Поляков

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 декабря 1981 г. № 5611

УДК 771.5 : 543.06 : 006.354

Группа У89

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ ФОТОГРАФИЧЕСКИЕ

Метод определения тиосульфата

Photographic materials
Method for Determination of
Thiosulphate Content

ГОСТ 25063.1—81

(СТ СЭВ 1756—79)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 декабря 1981 г. № 5611 срок действия установлен

с 01.01. 1982 г.
до 01.01. 1990 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод определения тиосульфата для контроля сохраняемости фотографического изображения черно-белых и цветных фотографических материалов.

Метод основан на определении содержания остаточного тиосульфата в фотографическом слое извлечением его из образца фотоматериала, восстановлением боргидридом калия до сульфида, который в реакции с N,N-диметил-*п*-фенилендиамином в присутствии оксидирующих солей трехвалентного железа образует краситель метиленовый голубой.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1756—79.

1. МЕТОД ОТБОРА ОБРАЗЦОВ

1.1. Для проведения испытания из фотоматериала вырезают образец площадью (10±0,5) см², имеющий минимальную оптическую плотность.

2. ПРИБОРЫ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр или спектрофотометр.
Секундомер по ГОСТ 5072—79.
Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80.
Колбы и цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74.
Пипетки и бюретки мерные по ГОСТ 20292—74.
Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1982

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 или деионизированная.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74, ч. д. а.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч. д. а.

Железо (III) сернокислое по ГОСТ 9485—74, ч. д. а., гидратированное.

Силикагель, ч. д. а.

Калия борогидрид.

Раствор для извлечения тиосульфата: (20±0,002) г бромистого калия и (1±0,002) г однозамещенного фосфорнокислого калия последовательно растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³; пригоден для анализа в течение 8 мес.

Раствор борогидрида калия: (3±0,002) г свежего борогидрида калия растворяют в 100 см³ 0,2 н. водного раствора гидроокиси натрия; пригоден для анализа в течение 8 сут, температура хранения раствора 5°С.

Раствор сульфата железа: в сосуд, содержащий 89 см³ дистиллированной воды, при непрерывном перемешивании осторожно приливают 15 см³ концентрированной серной кислоты, а затем после охлаждения растворяют в этом растворе (3±0,002) г гидратированного сульфата железа (III); пригоден для анализа в течение 8 мес.

N,N-диметил-*п*-фенилендиамин сульфата раствор: в сосуд, содержащий 89 см³ дистиллированной воды, при непрерывном перемешивании осторожно приливают 15 см³ концентрированной серной кислоты. После охлаждения в этом растворе растворяют (1±0,002) г N,N-диметил-*п*-фенилендиамина, затем прибавляют (5±0,1) г порошкообразного силикагеля, перемешивают до исчезновения окраски раствора, оставляют для осаждения силикагеля, затем раствор декантируют; пригоден для анализа в течение 8 мес. Допускается применение сульфата N,N-диэтил-*п*-фенилендиамина.

Раствор бихромата калия: в мерной колбе вместимостью 100 см³ растворяют в дистиллированной воде (4±0,02) г бихромата калия ($K_2C_2O_7$); пригоден для анализа в течение 8 мес.

Стандартный раствор тиосульфата натрия для построения градуировочного графика: в мерной колбе в малом количестве дистиллированной воды растворяют (2,482±0,0002) г кристаллического тиосульфата натрия, доводят дистиллированной водой до 100 см³ и получают 0,1 н. раствор. 1 см³ приготовленного 0,1 н. раствора переносят при помощи калиброванной пипетки в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают, поворачивая 8—10 раз вверх дном.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Из приготовленного стандартного раствора, содержащего в 1 см³ 11,2 мг тиосульфатных ионов ($S_2O_3^{--}$) готовят четыре раствора для построения градуировочного графика в соответствии с таблицей.

Обозначение раствора для построения градуировочного графика	Объем стандартного раствора, см³	Объем раствора для извлечения тиосульфата, см³	Содержание тиосульфатных ионов в 5 см³ раствора, мкг
1	0,20	4,80	2,2
2	0,40	4,60	4,5
3	0,60	4,40	6,7
4	0,80	4,20	0,0

Стандартный раствор и растворы для построения градуировочного графика пригодны для анализа в течение 2 ч с момента их приготовления.

3.2. Образец испытываемого фотоматериала измельчают, помещают в пробирку с притертой пробкой и готовят растворы I или II:

растворы I и II готовят, прибавляя в пробирку с образцом с помощью бюретки соответственно (5±0,01) см³ и (25±0,01) см³ раствора для извлечения тиосульфата.

Образец, находящийся в растворе I или II, оставляют на 10 мин, периодически встряхивая содержимое пробирки, после чего образец вынимают при помощи стеклянной палочки, обращая внимание на полное стекание раствора с образца и палочки.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Способ 1

Пять пипеток, обеспечивающих вытекание капель одинаковой величины, наполняют ацетоном, растворами бромида калия, сульфита железа, N,N-диметил-*п*-фенилендиамина сульфата и бихромата калия.

В раствор I (или в соответствующие растворы для построения градуировочного графика) добавляют пять капель раствора борогидрида калия. Затем немедленно прибавляют одну каплю раствора бихромата калия при определении количества тиосульфатных ионов по истечении 14 сут после химической обработки данного фотоматериала. В течение 15 с продолжают прибавлять последовательно остальные три раствора: десять капель ацетона (встряхнуть и удалить газ), пять капель раствора сульфата железа (встряхнуть) и десять капель раствора сульфата N,N-диметил-*п*-фенилендиамина.

Придерживая пробку, энергично встряхивают содержимое пробирки в течение 30 с, удаляют воздух и снова встряхивают в течение 30 с, после чего раствор оставляют на 15 мин до исчезновения окраски.

Если после прибавления всех реактивов красная окраска не появляется, это означает, что высокое содержание тиосульфата в растворе после его извлечения привело к полному расходу некоторых реактивов, в этом случае испытание следует повторить по способу 2, приведенному в п. 4.2.

Если оптическая плотность испытываемого раствора превышает 0,800, испытание следует повторить по способу 2.

Если после прибавления и перемешивания всех реактивов красная окраска смеси изменяется, то ход химических реакций следует считать правильным и через 15 мин после смешивания приступают к измерению поглощения света раствором.

Измерение проводят при помощи спектрофотометра при длине волны света 665 нм (при применении N,N-диметил-*п*-фенилендиамина) и 670 нм (при применении N,N-диэтил-*п*-фенилендиамина). Толщина измеряемого слоя раствора 10 нм. Измерения проводят по отношению к контрольному раствору.

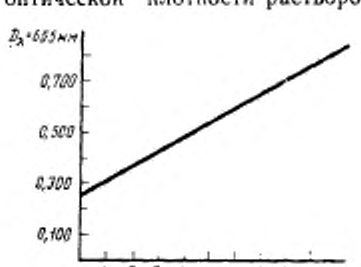
Контрольный раствор приготовляют из всех применяемых реактивов в количествах и последовательности прибавления, указанных в п. 4.1, исключая операцию извлечения тиосульфата из фотоматериала по 3.2.

4.2. Способ 2

При помощи пипетки отбирают (5±0,01) см³ раствора II. Затем определение проводят по способу 1.

4.3. Построение градуировочного графика

Растворы тиосульфата натрия для построения градуировочного графика подвергают испытанию по п. 4.1 или п. 4.2. Строят график зависимости оптической плотности растворов от содержания



тиосульфата (мкг $S_2O_3^{--}$) в 5 см³ раствора, указанного в таблице (чертеж). Градуировочный график строят для каждого типа спектрофотометра и новой партии химикатов.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Содержание остаточного тиосульфата в фотоматериалах в пересчете на ионы тиосульфата (X), мкг/см^2, вычисляют по формулам:

$$X = \frac{m}{10} \text{ (способ 1)},$$

$$X = \frac{m}{2} \text{ (способ 2)},$$

где m — масса тиосульфата в мкг, соответствующая измеренному поглощению, найденная по градуировочному графику.

Для фотопленок и фотопластинок с желатиновым слоем с обеих сторон полученный результат делят на два.

Минимальное определяемое количество тиосульфата (в пересчете на ионы тиосульфата) — 0,1 мкг, максимальное — 45 мкг на 1 см^2 поверхности испытываемого образца.

gost.e-ecolog.ru